5.5 クロム

5.5.d ICP 発光分光分析法（標準添加法）

（1） 概要

この試験法は汚泥肥料等（焼成汚泥肥料を除く）に適用する。この試験法の分類は Type D であり、その記号は 5.5.d-2017 又は Cr.d-1 とする。

分析試料を灰化－王水分解で前処理した後、ICP 発光分光分析装置（ICP-OES）に導入し、クロムによる発光を波長 205.552 nm で測定し、分析試料中のクロム（Cr）を求める。なお、この試験法の性能は**備考 7** に示す。

（2） 試薬等 試薬及び水は、次による。

a） 水： JIS K 0557 に規定する A3 の水。

b） 硝酸： 有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

c） 塩酸： 有害金属測定用、精密分析用又は同等の品質の試薬。

d） クロム標準液（Cr 100 μg/mL）： 国家計量標準にトレーサブルなクロム標準液（Cr 100 μg/mL）。

e） クロム標準液（Cr 2.5 μg/mL）(1) (2)： クロム標準液（Cr 100 μg/mL）一定量を塩酸（1+23）で希釈し、クロム標準液（Cr 2.5 μg/mL）を調製する。

注（1） 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

（2） 常温で保存し、調製後 6 ヶ月間以上経過したものは使用しない。

備考 1. （2）のクロム標準液に換えて、国家計量標準にトレーサブルなクロム標準液（Cr 1000 μg/mL 又は 10 000 μg/mL）を用いて検量線用クロム標準液を調製することもできる。

備考 2. ICP-OES は任意の波長において得られる指示値が、光の観測方式（横方向及び軸方向）や分光器の種類によって変動するため、使用する機器に適した検量線の濃度範囲が異なる。よって事前に使用する機器に適した検量線の濃度範囲を把握し、検量線用標準液を調製するとよい。

（3） 装置 装置は、次のとおりとする。

a） ICP 発光分光分析装置： JIS K 0116 に規定する発光分光分析装置。

1） ガス： 純度 99.5 %（体積分率）以上のアルゴンガス

b） 電気炉： 450 °C±5 °C に調節できるもの。

c） ホットプレート又は砂浴： ホットプレートは表面温度 250 °C まで調節可能なもの。砂浴は、ガス量及びけい砂の量を調整し、砂浴温度を 250 °C にできるようにしたもの。

（4） 試験操作

（4.1） 抽出 抽出は、次のとおり行う。

a） 分析試料 5 g を 1 mg の桁まではかりとり、200 mL～300 mL トールビーカーに入れる。

b） トールビーカーを電気炉に入れ、穏やかに加熱して炭化させる(3)。

c） 450 °C±5 °C で 8 時間～16 時間強熱して灰化させる(3)。

d） 放冷後、少量の水で残留物を潤し、硝酸約 10 mL 及び塩酸約 30 mL を加える。

e） トールビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート又は砂浴上で加熱して(4)分解する。

f） 時計皿をずらし(5)、ホットプレート又は砂浴上で加熱を続けて乾固近くまで濃縮する。

g） 放冷後、塩酸（1+5）25 mL～50 mL[6]を分解物に加え、トールビーカーを時計皿で覆い、静かに加熱して溶かす。

h） 放冷後、水で 100 mL～200 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加え、ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

i） 空試験として、別のトールビーカーを用いて **b**）～**h**）の操作を実施し、空試験溶液を調製する。

注（**3**） 炭化及び灰化操作例： 室温から約 250 °C まで 30 分間～1 時間で昇温した後 1 時間程度加熱し、更に 450 °C まで 1 時間～2 時間で昇温する。

（**4**） 急激に加熱温度を上げると、突沸する場合があるので、低温から徐々に温度を上げ、170 °C～200 °C 程度で煮沸するとよい。

（**5**） 時計皿を外してもかまわない。

（**6**） 試料溶液の塩酸濃度が塩酸（1+23）となるように塩酸（1+5）を加える。例えば、**h**）の操作で 100 mL 全量フラスコを用いる場合は塩酸（1+5）約 25 mL を加えることとなる。

備考 3. 有機物を含有しない肥料の場合には、（**4.1**）**b**）～**c**）の操作を実施しなくてもよい。

備考 4. （**4.1**）の操作で得た試料溶液は、附属書 B に示した成分にも適用できる。

（**4.2**） **測定** 測定（標準添加法）は、JIS K 0116 及び次のとおり行う。具体的な測定操作は、測定に使用する ICP 発光分光分析装置の操作方法による。

a） **ICP 発光分光分析装置の測定条件** ICP 発光分光分析装置の測定条件は、以下を参考にして設定する。

分析線波長： 205.552 nm

b） **検量線の作成及び試料の測定**

1） 試料溶液 5 mL をそれぞれ 3 個の 10 mL 全量フラスコにとる。

2） クロム標準液（2.5 μg/mL）2 mL 及び 4 mL を **1**）の全量フラスコに加え、更に塩酸（1+23）を標線まで加えて標準添加法の試料溶液とする。

3） **1**）の残りの全量フラスコに、塩酸（1+23）を標線まで加えて標準液無添加の試料溶液とする。

4） 標準添加法の試料溶液及び標準液無添加の試料溶液を誘導プラズマ中に噴霧し、波長 205.552 nm の指示値を読み取る。

5） 空試験溶液 5 mL を 10 mL 全量フラスコにとり、**3**）～**4**）と同様に操作して指示値を読み取り、各試料溶液で得たの指示値を補正する。

6） 標準添加法の試料溶液及び標準液無添加の試料溶液について、添加したクロム濃度と補正した指示値との検量線を作成する。

7） 検量線の切片からクロム量を求め、分析試料中のクロム（Cr）を算出する。

備考 5. **b**）**5**）の補正方法に換えて、空試験におけるクロム量を求めて分析試料中のクロム（Cr）を補正してもよい。

備考 6. ICP-OES では多元素同時測定が可能である。その場合は、**4.9.1.b 備考 6** を参照のこと。

備考 7. 真度の評価のため、汚泥肥料（49 点）を用いて ICP 発光分光分析法の測定値（x_i： 12.9 mg/kg～193 mg/kg）及びフレーム原子吸光法の測定値（y_i）を比較した結果、回帰式は $y=1.74+0.971x$ であり、その相関係数（r）は 0.991 であった。下水汚泥肥料、し尿汚泥肥料、工業汚泥肥料、混合汚泥肥料及び汚

泥発酵肥料各 1 点について、3 点併行で測定して得られた併行精度は、相対標準偏差で 0.9 %～2.5 %である。

なお、この試験法の定量下限は 4 mg/kg 程度と推定された。

参考文献

1） 惠智正宏, 井上智江, 田淵 恵, 野村哲也： 汚泥肥料中のカドミウム, 鉛, ニッケル, クロム, 銅及び亜鉛の同時測定 －ICP 発光分光分析装置の適用－, 肥料研究報告, **4**, 30~35 (2011)

（**5**） **クロム試験法フローシート** 肥料中のクロム試験法のフローシートを次に示す。

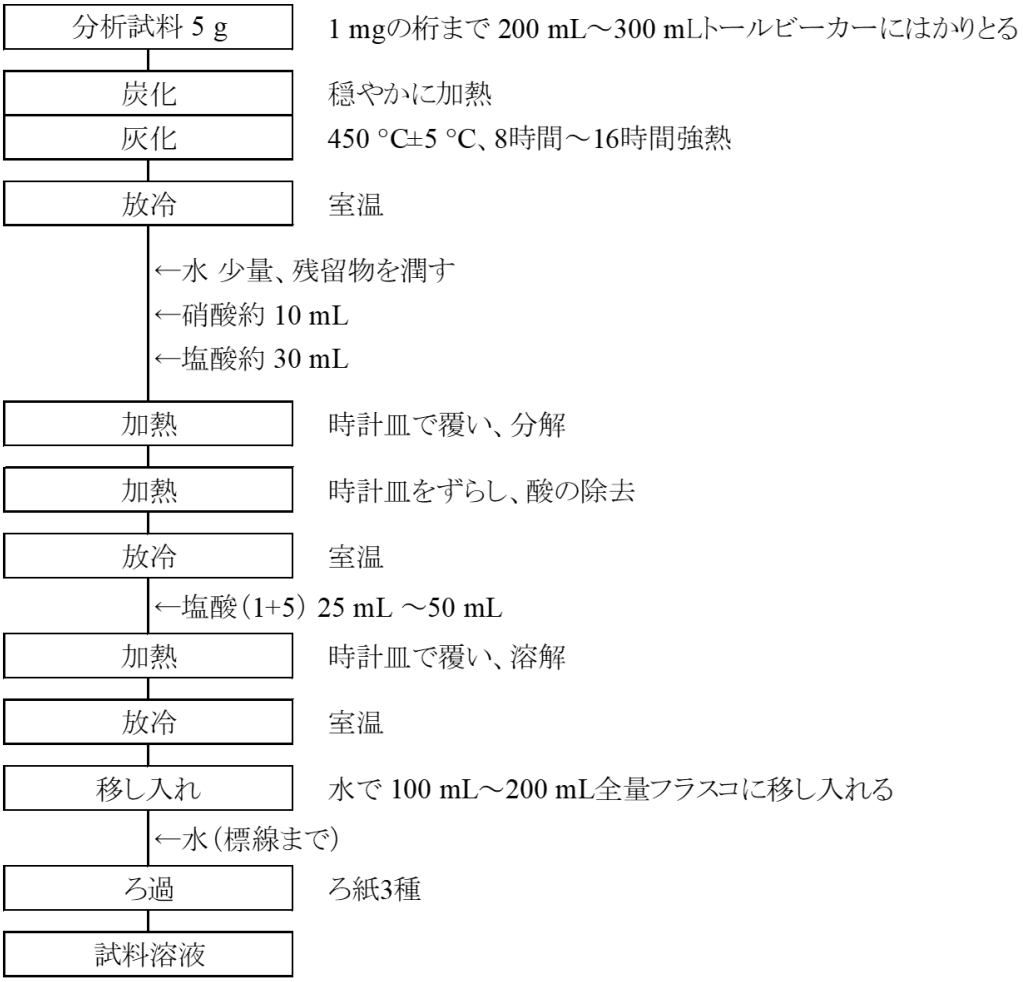


図1　汚泥肥料等中のクロム試験法フローシート（抽出操作）

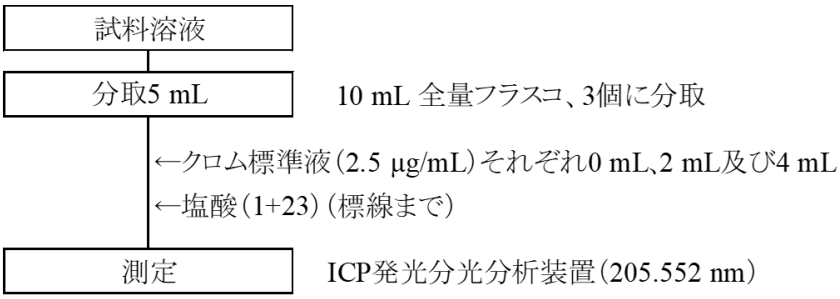


図2　汚泥肥料等中のクロム試験法フローシート（測定操作）